



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2012107997/05**, **01.03.2012**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.03.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **01.03.2012**(45) Опубликовано: **10.08.2013** Бюл. № 22

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **ЛАЙНЕР А.И. и др. Производство глинозема. - М.: Metallurgia, 1978, с.62-64. SU 354717 A1, 05.01.1979. RU 2231497 C1, 27.06.2004. CN 10152795 A, 29.09.2006. CN 101357772 A, 04.02.2009. EP 1359123 A2, 05.11.2003. EP 0537871 A1, 21.04.1993.**

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ, центр интеллектуальной собственности, Т.В. Маркс

(72) Автор(ы):

**Логинова Ирина Викторовна (RU),
Логинов Юрий Николаевич (RU),
Шоперт Андрей Андреевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина" (RU)

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ ГЛИНОЗЕМСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области цветной металлургии. Выщелачивают глиноземсодержащее сырье с получением алюминатного раствора и красного шлама, отделяют красный шлам от алюминатного раствора и его подают на стадию кристаллизации с получением маточного раствора и осадка, содержащего гидроксид алюминия. Гидроксид алюминия подают на кальцинацию с получением глинозема. Стадию

кристаллизации осуществляют при температуре 25-39°C путем добавки в алюминатный раствор сульфата алюминия в количестве 0,5-5,0% от содержания оксида алюминия в алюминатном растворе. Полученный гидроксид алюминия направляют на стадию кристаллизации при соблюдении затравочного отношения 0,1-0,4. Изобретение позволяет повысить выход продукта и сократить продолжительность процесса. 2 ил., 2 табл., 22 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 489 354** (13) **C1**

(51) Int. Cl.

C01F 7/06 (2006.01)

C01F 7/14 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2012107997/05, 01.03.2012**

(24) Effective date for property rights:
01.03.2012

Priority:

(22) Date of filing: **01.03.2012**

(45) Date of publication: **10.08.2013 Bull. 22**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU,
tsentr intellektual'noj sobstvennosti, T.V. Marks**

(72) Inventor(s):

**Loginova Irina Viktorovna (RU),
Loginov Jurij Nikolaevich (RU),
Shoppert Andrej Andreevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovaniya "Ural'skij
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU)**

(54) METHOD OF PROCESSING ALUMINA-BEARING STOCK

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to nonferrous metallurgy. Alumina-bearing stock is leached to obtain aluminate solution and red mud to be separated from the former and fed for crystallisation for producing mother solution and precipitate including aluminium hydroxide. Aluminium hydroxide is

subjected to calcination for production of alumina. Crystallisation is performed at 25-39°C by adding aluminium sulphate to aluminate solution in amount of 0.5-5.0 wt % of aluminium oxide content in aluminate solution. Obtained aluminium hydroxide is subjected to crystallisation at seed ratio of 0.1-0.4.

EFFECT: higher yield, faster process.

2 dwg, 2 tbl, 22 ex

RU 2 489 354 C1

RU 2 489 354 C1

Изобретение относится к области цветной металлургии, в частности к технологии производства глинозема из глиноземсодержащего сырья.

Из уровня техники известно изобретение по а.с. СССР №1644452 (Способ получения гидроксида алюминия / Давыдов И.В.; Боровинский В.П.; Тесля В.Г. Заяв. 5 ОАО "Всероссийский алюминиево-магний институт", МПК C01F 7/14. Оpubл. 1998.09.27), заявленное ОАО ВАМИ, которое представляет собой способ получения гидроксида алюминия. Изобретение относится к технологии производства глинозема из бокситов по способу Байера. В алюминатный раствор вводят затравочный 10 гидроксид алюминия, подают полученную суспензию в батарею декомпозиеров, выдерживают суспензию при перемешивании с последующим выводом и разделением ее на затравочный и продукционный гидроксид алюминия, подают затравочный гидроксид алюминия в виде суспензии в алюминатный раствор. Продукционный гидроксид алюминия фильтруют, разбавляют промводой и классифицируют. Мелкий 15 гидроксид алюминия используют в виде затравки, а крупный отфильтрованный гидроксид алюминия промывают и выводят из процесса. Тем самым достигается улучшение качества продукта за счет повышения его крупности и снижения содержания примесей.

20 Недостатком этого аналога является невысокий процент разложения алюминатного раствора.

Фирмой PECHINEY ALUMINIUM IPC получен патент FR 2709302 (Патент Франции FR 2709302. Process for the manufacture of alumina trihydrate with a controlled sodium content and particle size. Inv. Gilbert Bouzat; Jean-Michel Lamerant; Joel Siquin. Appl.: 25 Pechiney Aluminium. IPC C01F 7/14; C01F 7/00. Publ. 1995-03-03) на способ производства глинозема с контролем содержания щелочи и размера частиц. Особенностью метода является высокое содержание твердого вещества в алюминатном растворе (более 700 г/л). Затравкой при декомпозиции является гидроксид алюминия, как это принято в 30 традиционном процессе разложения алюминатных растворов. Недостатком этого аналога, как и предыдущего, является недостаточно высокий процент разложения алюминатного раствора.

Из уровня техники известен патент РФ №2231497 (Патент РФ №2231497. Способ декомпозиции алюминатных растворов / Тесля В.Г., Мильруд С.М. Заявл. ОАО 35 "Всероссийский алюминиево-магний институт", МПК C01F 7/14. Оpubл. 2004.06.27), выданный на способ декомпозиции алюминатных растворов, включающий перемешивание алюминатного раствора при температуре 45-70°C в присутствии затравки гидроксида алюминия и модифицирующей добавки, отделение маточного раствора от гидроксида алюминия. Способ отличается тем, что в качестве 40 модифицирующей добавки используют карбонат лития, вводимый в количестве от 0,10 до 0,30% на массу получаемого осадка гидроксида алюминия. Недостатком способа является удорожание процесса производства глинозема из-за необходимости применения в качестве модифицирующей добавки - соединения лития.

45 Из уровня техники известен способ переработки глиноземсодержащего сырья (Лайнер А.И. Производство глинозема. М.: Металлургиздат, 1961. 620 с., с.571), выбранный в качестве прототипа. Способ включает выщелачивание сырья, содержащего глинозем, с получением алюминатного раствора, отделение его от 50 красного шлама и направление алюминатного раствора на стадию кристаллизации с получением маточного раствора и осадка, содержащего гидроксид алюминия, и его направление на кальцинацию с получением глинозема.

По прототипу стадия кристаллизации осуществляется путем декомпозиции

(выкручивания) в присутствии затравки. Операция декомпозиции (выкручивания) осуществляется непрерывным перемешиванием при температуре 40-62°C (указанный источник Лайнера А.И., с.267) алюминатного раствора с затравкой свежесажженной гидроокиси алюминия в течение 60...100 ч (указанный источник Лайнера А.И., с.255).

Технической задачей предполагаемого изобретения является повышение процента разложения алюминатного раствора и снижение времени, необходимого для декомпозиции.

В заявляемом способе производят выщелачивание сырья, содержащего глинозем, с получением алюминатного раствора, отделение его от красного шлама и направление алюминатного раствора на стадию кристаллизации с получением маточного раствора и осадка, содержащего гидроксид алюминия, и его направление на кальцинацию с получением глинозема.

В отличие от прототипа предлагается стадию кристаллизации осуществлять при температуре 25-39°C путем добавки в алюминатный раствор сульфата алюминия в количестве 0,5-5,0% от содержания оксида алюминия в алюминатном растворе.

Как показали эксперименты, выполненные авторами настоящего изобретения, добавка в алюминатный раствор сульфата алюминия при заявленной температуре позволяет резко интенсифицировать процесс выделения из раствора гидроксида алюминия за счет увеличения скорости образования реакции полимеризации катионов алюминия с выделением в раствор полимера, приводящего к массовой кристаллизации гидроксида алюминия из алюминатного раствора. Это позволяет повысить процент разложения алюминатного раствора и снизить время кристаллизации до 18-20 ч.

Полученный таким приемом гидроксид алюминия направляют на стадию кристаллизации при соблюдении затравочного отношения 0,1-0,4. Как показали исследования, выполненные авторами настоящего изобретения, полученный гидроксид отличается от обычно применяемого в качестве затравочного материала гидроксида, полученного в промышленных условиях. Отличие состоит в более развитой поверхности и большей реакционной способности. Это позволяет применять этот материал в качестве затравочного в меньших объемах, чем принято в глиноземном производстве.

На фиг.1. приведено фото электронной микроскопии конгломерата частиц гидроксида алюминия, полученного по промышленной технологии прототипа, а на фиг.2 по предлагаемой технологии с использованием реакции с сульфатом алюминия (б).

Пример 1 (по прототипу).

По прототипу стадия кристаллизации осуществляется путем декомпозиции (выкручивания) в присутствии затравки. Операция декомпозиции (выкручивания) осуществляется непрерывным перемешиванием при температуре 40-62°C алюминатного раствора с затравкой свежесажженной гидроокиси алюминия в течение 60...100 ч. В результате из алюминатного раствора выделяется около 50-52% оксида алюминия.

Примеры 2-17. В лабораторных условиях производили выщелачивание сырья, содержащего глинозем, с получением алюминатного раствора, отделение его от красного шлама и направление алюминатного раствора на стадию кристаллизации с получением маточного раствора и осадка, содержащего гидроксид алюминия, и его направление на кальцинацию с получением глинозема. Стадию кристаллизации осуществляли в интервале температур 20-70°C путем добавки в алюминатный раствор сульфата алюминия в количестве 0,1-10,0% от содержания оксида алюминия в

алюминатном растворе.

В алюминатный раствор, содержащий $133,3 \text{ г/дм}^3 \text{ Na}_2\text{O}_\text{к}$, $132,4 \text{ г/дм}^3 \text{ Al}_2\text{O}_3$ (каустический модуль исходного раствора $\alpha_\text{к}=1,66$) добавляли соль сульфата алюминия и выдерживали 18-24 часа в кристаллизаторе без перемешивания при различных температурах кристаллизации. После выдержки пульпы осадок отделяли от жидкой фазы (маточного раствора), которую анализировали на содержание в ней $\text{Na}_2\text{O}_\text{к}$ и Al_2O_3 , рассчитывали каустический модуль полученного маточного раствора и по известной формуле рассчитывали процент разложения алюминатного раствора. Полученные данные представлены в табл.1.

Сравнение показателей процесса по прототипу и предлагаемому техническому решению			
№ примера	Температура кристаллизации, °C	Количество добавляемой соли, % от содержания $\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ г/дм}^3$ в растворе	Процент разложения раствора, %
1 (прототип)	40-62	-	50-52
2	20	ОД	0
3	20	0,5	0
4	20	5,0	0
5	20	6,0	0
6	25	од	3
7	25	0,5	57,2
8	25	5,0	67,4
9	25	6,0	67,1
10	39	од	5
11	39	0,5	64,5
12	39	5,0	66,8
13	39	6,0	66,4
14	70	од	0
15	70	0,5	0
16	70	5,0	0
17	70	6,0	0

В таблице строка 1 описывает условия осуществления процесса по прототипу. При отсутствии добавки сульфата алюминия достигнут процент разложения 50-52%. При температуре 20°C и изменении количества добавляемого сульфата алюминия в пределах 0,1-6% от содержания Al_2O_3 в растворе (опыты 2-5) не выявлено признаков разложения раствора, что связано с слишком большой вязкостью алюминатного раствора и малой диффузионной способностью смеси.

При температуре 25°C и изменении количества добавляемой соли в пределах 0,1-6% от содержания Al_2O_3 в растворе (опыты 6-9) достигли процента разложения раствора в пределах 3-67,4%, при этом ниже 0,5% добавки получено только 3% разложения, при использовании добавки в пределах 0,5-5% происходит увеличение процента разложения раствора. Однако при дальнейшем увеличении количества добавки до 6% не наблюдается дальнейшего увеличения процента разложения.

При температуре 39°C и изменении количества добавляемой соли в пределах 0,1-6% от содержания Al_2O_3 в растворе (опыты 10-12) достигли процента разложения раствора в пределах 5-66,8%, при этом ниже 0,5% добавки получено только 5% разложения, при использовании добавки в пределах 0,5-5% происходит увеличение процента разложения раствора. Однако при дальнейшем увеличении количества добавки до 6% не наблюдается дальнейшего увеличения процента разложения. Таким образом, верхним пределом содержания добавки является 5%.

При температуре 70°C и изменении количества добавляемой соли в пределах 0,1-6% от содержания Al_2O_3 в растворе (опыты 13-17) не достигли разложения раствора ни при одном варианте введения добавки. Это объясняется тем, что при повышенных температурах соль алюминия слишком быстро растворяется в алюминатном растворе и ионы алюминия быстро теряют свою активность.

Таким образом, если осуществлять стадию кристаллизации при температуре 25-39°C путем добавки в алюминатный раствор сульфата алюминия в количестве 0,5-5,0% от содержания оксида алюминия в алюминатном растворе, то достигается процент разложения раствора выше, чем это происходит в объекте по прототипу.

Дополнительным эффектом является снижение времени декомпозиции: вместо 60-100 ч указанная операция в условиях заявляемого способа осуществляется за 18-24 ч.

Примеры 18-22. Гидроксид алюминия, который был получен с помощью сульфата алюминия, использовали в опытах в качестве затравки с целью разложения пересыщенного алюминатного раствора. Для этого полученный в соответствии с примером 6 просушенный гидроксид алюминия добавляли в алюминатный раствор, содержащий 133,3 г/дм³ Na_2O_k , 132,4 г/дм³ Al_2O_3 (каустический модуль исходного раствора $\alpha_k=1,66$). Выдерживали пульпу 24 часа в кристаллизаторе без перемешивания при температуре кристаллизации, равной 25°C. После выдержки пульпы осадок отделяли от жидкой фазы (маточного раствора), которую анализировали на содержание Na_2O_k и Al_2O_3 . Рассчитывали каустический модуль полученного маточного раствора и по известной формуле рассчитывали процент разложения алюминатного раствора. Полученные данные представлены в табл.2.

Сравнение показателей процесса по прототипу и предлагаемому техническому решению				Таблица 2
№ примера	Количество используемой затравки, г/дм ³	Затравочное отношение	Процент разложения раствора, %	
1 (прототип)		-	50-52	
18	10	0,05	29,2	
19	20	0,1	60,5	
20	40	0,2	67,4	
21	70	0,4	70,4	
22	90	0,5	70,3	

Как видно из приведенных результатов, при затравочных отношениях 0,1-0,4 получены показатели разложения раствора на уровне 60,5-70,4%, что выше показателей прототипа 50-52%. При дальнейшем увеличении затравочного отношения процент разложения раствора не увеличивается. Применение затравочного отношения 0,05 слишком мало для получения положительного результата. Таким образом, установили рациональный диапазон затравочных отношений на уровне 0,1-0,4.

Более высокий процент разложения алюминатного раствора достигнут за счет изменения кристаллического строения гидроксида алюминия, что иллюстрируется фото фиг.2. Кристаллы гидроксида алюминия, полученные по данному техническому решению, отличаются волокнистым строением (на фото видны верхушки волокон), что создает развитую поверхность. По прототипу кристаллы отличаются более грубой формой с менее развитой поверхностью.

Следует отметить, что полученный результат достигнут за более короткое время 24 ч по сравнению с прототипом, где время разложения составляет 60-100 ч.

Технический результат заключается в повышении процента разложения

алюминатного раствора в способе Байера и сокращении времени проведения операции декомпозиции.

Формула изобретения

5 Способ переработки глиноземсодержащего сырья, включающий выщелачивание сырья, содержащего глинозем, с получением алюминатного раствора, отделение его от красного шлама и направление алюминатного раствора на стадию кристаллизации с получением маточного раствора и осадка, содержащего гидроксид алюминия, и его
10 направление на кальцинацию с получением глинозема, отличающийся тем, что стадию кристаллизации осуществляют при температуре 25-39°C путем добавки в алюминатный раствор сульфата алюминия в количестве 0,5-5,0% от содержания оксида алюминия в алюминатном растворе, полученный гидроксид алюминия
15 направляют на стадию кристаллизации при соблюдении затравочного отношения 0,1-0,4.

20

25

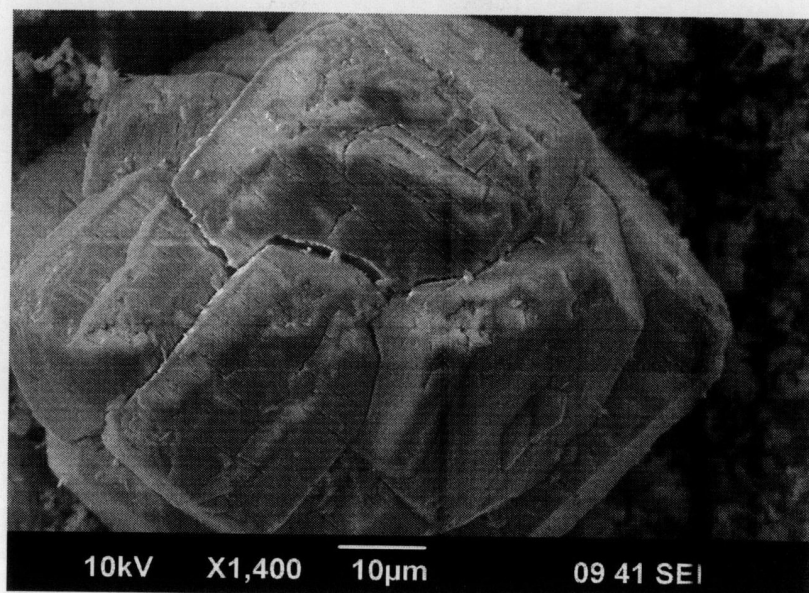
30

35

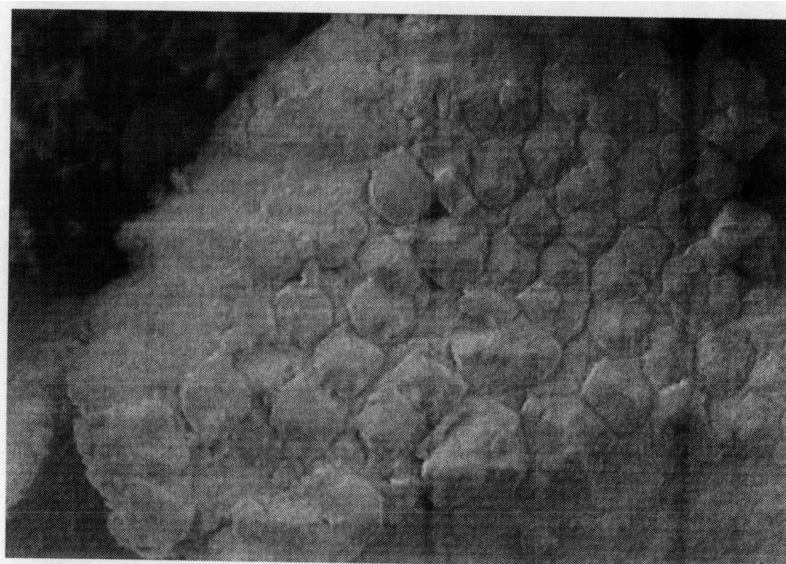
40

45

50



Фиг.1



Фиг.2